SNI 06-2470-1991

Standar Nasional Indonesia

Metode pengujian kadar sulfida dalam air dengan alat ion selektif meter

ICS 13.060.01

Badan Standardisasi Nasional BSN

DAFTAR RUJUKAN

American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation.
1985 *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 16th Edition, APHA, Washington D.C.

Departemen Pekerjaan Umum.
1989 *Metode Pengambilan Contoh Uji Kualitas Air*. Nomor SK SNI-M-02-1989-F, Yayasan LPMB, Bandung.

DAFTAR ISI

Halaman

BAB I

DESKRIPSI

1.1 Maksud dan Tujuan

1.1.1 Maksud

Metode pengujian ini dimaksudkan sebagai pegangan dalam pelaksanaan pengujian kadar sulfida, S dalam air.

1.1.2 Tujuan

Tujuan metode pengujian ini untuk memperoleh kadar sulfida dalam air.

1.2 Ruang Lingkup

Lingkup pengujian meliputi :

1) cara pengujian kadar sulfida yang terdapat dalam air antara 0,1 - 10 mg/L $S^=$;

2) penggunaan metode elektroda dengan alat ion selektif meter yang dilengkapi dengan elektroda spesifik sulfida dan elektroda pembanding sambungan ganda.

1.3 Pengertian

Beberapa pengertian yang berkaitan dengan metode pengujian ini:

1) kurva kalibrasi adalah grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan baku dengan hasil pembacaan potensial-listrik yang biasanya merupakan garis lurus;

2) larutan induk adalah larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah;

3) larutan baku adalah larutan yang mengandung kadar yang sudah diketahui secara pasti dan langsung digunakan sebagai pembanding dalam pengujian.

BAB II

CARA PELAKSANAAN

2.1 Peralatan dan Bahan Penunjang Uji

2.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri atas :

1) ion selektif meter yang dilengkapi dengan elektroda spesifik sulfida dan elektroda pembanding sambungan ganda, serta telah dikalibrasi pada saat digunakan;

2) pengaduk magnet yang dilengkapi dengan pengatur kecepatan putar tetap dan waktu;

3) buret 50 mL atau alat titrasi lain dengan skala yang jelas;

4) labu ukur 100, 250 dan 1000 mL;

5) gelas ukur 100 mL;

6) pipet seukuran 1, 2, 5 dan 10 mL;

7) pipet ukur 5 dan 10 mL;

8) gelas piala 250 mL;

9) labu erlenmeyer 250 mL.

2.1.2 Bahan Penunjang Uji

Bahan kimia yang berkualitas p.a dan bahan lain yang digunakan dalam pengujian ini terdiri atas:

1) kristal natrium sulfida, $Na_2S.9H_2O$;

2) larutan natrium tiosulfat, $Na_2S_2O_3$, 0,025 N, yang sudah ditetapkan kenormalannya;

3) larutan kalium dikhromat, $K_2Cr_2O_7$, 0,025 N;

4) larutan kalium iodida, KI, 0,025 N, yang sudah ditetapkan kenormalannya;

5) larutan indikator kanji, 0,5%;

6) asam sulfat, H_2SO_4, pekat;

7) larutan asam sulfat, H_2SO_4, 4 N;

8) larutan penyangga anti oksidasi sulfida;

9) air suling atau air demineralisasi yang mempunyai DHL 0.5 - 2 μmhos/cm.

2.2 Persiapan Benda Uji

Siapkan benda uji dengan tahapan sebagai berikut:

1) sediakan contoh uji yang telah diambil sesuai dengan Metode Pengambilan Contoh Uji Kualitas Air, SK SNI M-02-1989-F;

2) ukur 50 mL contoh uji secara duplo dan masukkan ke dalam gelas piala 250 mL;

3) benda uji siap diuji.

2.3 Persiapan Pengujian

2.3.1 Pembuatan Larutan Induk Sulfida, S

Buat larutan induk sulfida yang mengandung kira-kira 1000 mg/L $S^{=}$ dengan tahapan sebagai berikut:

1) larutkan 7,500 g $Na_2S.9H_2O$ dengan 100 mL air suling di dalam labu ukur 1000 mL;

2) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera;

3) tetapkan kadar sulfida dalam larutan induk dengan tahapan sebagai berikut :

   (1) pipet 10,0 mL larutan induk sulfida dan masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL, tambahkan masing-masing 20 mL larutan iod yang sudah ditetapkan kenormalannya dan 5 mL asam sulfat 4N;

   (2) titrasi dengan larutan baku $Na_2S_2O_3$ yang sudah ditetapkan kenormalannya sampai warna kuning;

   (3) tambahkan 2-3 tetes larutan indikator kanji sampai timbul warna biru;

   (4) lanjutkan titrasi dengan larutan baku $Na_2S_2O_3$ sampai warna biru hilang;

   (5) catat pemakaian larutan baku $Na_2S_2O_3$;

(6) hitung kadar sulfida dalam larutan induk dengan menggunakan rumus

$$\text{mg/L } S^{=} = \frac{\{(A \times B) - (C \times D)\} \times 16000}{\text{mL larutan induk}}$$

dengan penjelasan :

A = banyaknya larutan iod yang dipergunakan, dalam mL

B = kenormalan larutan iod yang sudah ditetapkan

C = banyaknya larutan natrium tiosulfat yang dipergunakan, dalam mL

D = kenormalan larutan natrium tiosulfat yang sudah ditetapkan

2.3.2 Pembuatan Larutan Baku Sulfida, S

Buat larutan baku sulfida dari larutan induk sulfida yang telah ditetapkan kadarnya dengan tahapan sebagai berikut :

1) pipet 100,0 mL larutan induk sulfida dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera sehingga diperoleh kadar larutan sulfida kira-kira 100 mg/L $S^{=}$;

2) pipet 0,0; 1,0; 5,0; 10,0; 20,0; 40,0; 60,0; 80,0 dan 100,0 mL larutan sulfida 100 mg/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 1000 mL;

3) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera sehingga diperoleh kadar sulfida kira-kira 0,0; 0,1; 0,5; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 dan 10,0 mg/L $S^{=}$.

2.3.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut :

1) optimisasikan alat ion selektif meter sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengujian kadar sulfida;

2) ukur 50 mL larutan baku sulfida secara duplo dan masukkan ke dalam gelas piala 250 mL;

3) tambahkan 50 mL larutan penyangga anti oksidasi sulfida pada masing-masing gelas piala;

4) celupkan elektroda ke dalam gelas piala satu persatu hingga terendam ± 2,5 cm dan aduk dengan pengaduk magnet sampai pembacaan potensial-listrik stabil, baca dan catat potensial-listriknya;

5) apabila perbedaan hasil pengukuran secara duplo lebih besar dari 2 %, periksa keadaan alat dan ulangi pekerjaan mulai tahap 1), apabila lebih kecil atau sama dengan 2 % rata-ratakan hasilnya;

6) buat kurva kalibrasi dari data 5) diatas pada kertas grafik semi-logaritmik atau tentukan persamaan garis lurusnya.

2.4 Cara Uji

Lakukan pengujian dengan tahapan sebagai berikut:

1) ambil 50 mL benda uji sesuai 2.2;

2) tambahkan 50 mL larutan penyangga anti oksidasi sulfida ke dalam benda uji;

3) celupkan elekroda ke dalam gelas piala satu persatu hingga terendam ± 2,5 cm dan aduk dengan pengaduk magnet sampai pembacaan potensial-listrik stabil;

4) baca dan catat potensial-listriknya.

2.5 Perhitungan

Hitung kadar sulfida dalam benda uji dengan menggunakan kurva kalibrasi semi-logaritmik atau persamaan garis lurus dan perhatikan hal-hal berikut :

1) selisih kadar maksimum yang diperbolehkan antara dua pengukuran duplo 2%, rata-ratakan hasilnya;

2) apabila hasil perhitungan kadar sulfida lebih besar dari 10,0 mg/L, ulangi pengujian dengan cara mengencerkan benda uji.

2.6 Laporan

Catat pada formulir kerja hal-hal sebagai berikut :

1) parameter yang diperiksa;

2) nama pemeriksa;

3) tanggal pemeriksaan;

4) nomor laboratorium;

5) data kurva kalibrasi;

6) nomor contoh uji;

7) lokasi pengambilan contoh uji;

8) waktu pengambilan contoh uji;

9) pembacaan potensial-listrik pertama dan kedua;

10) kadar dalam benda uji.

LAMPIRAN A

DAFTAR NAMA DAN LEMBAGA

1) Pemrakarsa

Pusat Litbang Pengairan, Badan Litbang Pekerjaan Umum

2) Penyusun

N A M A	L E M B A G A
Dra. Armaita Sutriati	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Badruddin Mahbub, Dip. S.E.	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Nana Terangna, Dip. E.S.T.	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Carlina Soetjiono, Dip. H.E.	Pusat Litbang Pengairan
Drs. Tontowi, M.Sc.	Pusat Litbang Pengairan
Drs. Ibrahim Sumanta	Pusat Litbang Pengairan
Moelyadi Moelyo, Dipl. Kim.	Pusat Litbang Pengairan
Santun Siregar, B.Sc.	Pusat Litbang Pengairan
Jursal, B.Sc.	Pusat Litbang Pengairan

3) Susunan Panitia Tetap SKBI

JABATAN	EX-OFFICIO	N A M A
Ketua	Kepala Badan Litbang PU	Ir. Suryatin Sastromijoyo
Sekretaris	Sekretaris Badan Litbang PU	Dr. Ir. Bambang Soemitroadi
Anggota	Kepala Pusat Litbang Pengairan	Ir. Soelastri Djennoedin
Anggota	Kepala Pusat Litbang Jalan	Ir. Soedarmanto Darmonegoro
Anggota	Kepala Pusat Litbang Pemukiman	Ir. Sahat Mulia Ritonga
Anggota	Sekretaris Ditjen Air	Ir. Mamad Ismail
Anggota	Sekretaris Ditjen Bina Marga	Ir. Satrio
Anggota	Sekretaris Ditjen Cipta Karya	Ir. Soeratmo Notodipoero
Anggota	Kepala Biro Bina Sarana Perusahaan	Ir. Nuzwar Nurdin
Anggota	Kepala Biro Hukum	Ali Muhammad, S.H.

4) Susunan Panitia Kerja SKBI

JABATAN	N A M A	L E M B A G A
Ketua	Ir. Mamad Ismail	Set Ditjen Pengairan
Wakil Ketua	Ir. Hartono Pramudo, Dip. H.E.	Direktorat Sungai
Sekretaris	Ir. Soelastri Djennoedin	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Supardijono	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Carlina Soetjiono, Dip. H.E.	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Badruddin Mahbub, Dip. S.E.	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Nana Terangna, Dip. E.S.T.	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Ratna Hidayat	Pusat Litbang Pengairan
Anggota	Ir. Lia Taufik	Pusat Litbang Pemukiman
Anggota	Ir. W. Askinin Bamayi, M.Eng.	Dit. PLP. Ditjen Cipta Karya
Anggota	Drs. Tatang Priatna	Kanwil PU Propinsi Jawa Barat
Anggota	Ir. Sri Hudyastuti	Kantor Menteri KLH
Anggota	Ir. Henggar Hardiani	Balai Besar Selulosa
Anggota	Dr. Mustikahardi, M.Sc.	Institut Teknologi Bandung
Anggota	Ir. Inneke Setiabudiwati	PT. Indah Karya
Anggota	Ir. Sri Sudarsih	Perusahaan Daerah Air Minum, Jakarta
Anggota	Ir. Nurlaila Soedomo	INKINDO Jawa Barat
Anggota	Ir. Peter E. Hehanusa, M.Sc.	Asosiasi Sumberdaya Air Indonesia

5) Peserta Konsensus

N A M A	L E M B A G A
Ir. Soelastri Djennoedin	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Supardijono	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Carlina Soetjiono, Dip.H.E.	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Ratna Hidayat	Pusat Litbang Pengairan
Drs. Tatang Priatna	Kanwil PU. Prop. Jawa-Barat
Dra. Mery Olovan Pasaribu	PDAM DKI Jakarta Raya
Ir. Ineke Setiabudiwati	PT. Indah Karya
Dr. Mustikahardi, M.Sc.	Institut Teknologi Bandung

N A M A	L E M B A G A
Dr. Ir. Kalimardin Algamar	Institut Teknologi Bandung
Ir. Henggar Hardiani	Balai Besar Selulosa
Ir. W. Askinin Bamayi, M.Eng.	Dit. PLP Ditjen Cipta Karya
Ir. Peter E. Hehanusa, M.Sc.	Asosiasi Sumberdaya Air Indonesia
Ir. Lia M.S.	Pusat Litbang Pemukiman
Drs. Tontowi, M.Sc.	Pusat Litbang Pengairan
Drs. Firdaus Achmad	Pusat Litbang Pengairan
Dra. Armaita Sutriati	Pusat Litbang Pengairan
Rt. Oyoh Supariah, B.Sc.	Pusat Litbang Pengairan
Jursal, B.Sc.	Pusat Litbang Pengairan
Sukmawati Rahayu, B.Sc.	Pusat Litbang Pengairan
Santun Siregar, B.Sc.	Pusat Litbang Pengairan
Moelyadi Moelyo, Dip. Teks.	Pusat Litbang Pengairan
Kuslan, B.Sc.	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Sarwan	Pusat Litbang Pengairan
Epep Kosima, B.E.	Pusat Litbang Pengairan
Edi Sugianto, B.E.	Pusat Litbang Pengairan

6. Peserta Pemutakhiran Konsep

N A M A	L E M B A G A
Ir. Suryatin Sastromijoyo	Badan Litbang PU
Dr. Ir. Bambang Soemitroadi	Set Badan Litbang PU
Ir. Soelastri Djennoedin	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Sahat Mulia Ritonga	Pusat Litbang Pemukiman
Drs. Eddy Sumardi	Pusat Litbang Jalan
Purwanto, S.H.	Ditjen Cipta Karya
Achwar Zein	Biro Bina Sarana Perusahaan
Djoko Sulistyo, S.H.	Biro Hukum
Drs. Muhd. Muhtadi	Set Badan Litbang PU
Bambang Utoyo, S.H.	Pusat Litbang Pemukiman
Ir. Nasroen Rivai	Pusat Litbang Pemukiman
Ir. Supardijono	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Carlina Soetjiono, Dip.H.E.	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Nana Terangna, Dip. E.S.T.	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Ratna Hidayat	Pusat Litbang Pengairan
Drs. Tontowi, M.Sc	Pusat Litbang Pengairan
Sukmawati Rahayu, B.Sc.	Pusat Litbang Pengairan
Ir. Boetje Sinay	Set Badan Litbang PU
Ir. Lolly Martina	Set Badan Litbang PU
Budiono	Set Badan Litbang PU

LAMPIRAN B

DAFTAR ISTILAH

elektroda pembanding sambungan ganda	*double junction reference electrode*
ion selektif meter	: *selective ion meter*
larutan penyangga anti-oksidasi sulfida	: *sulfide anti-oxidant buffer (SAOB)*
p.a	: *pro analysis*
larutan induk	: *stock solution*
larutan baku	: *standard solution*
pipet seukuran atau pipet gondok	: *volumetric pipette*
Daya Hantar Listrik (DHL)	: *electrical conductivity*

LAMPIRAN C

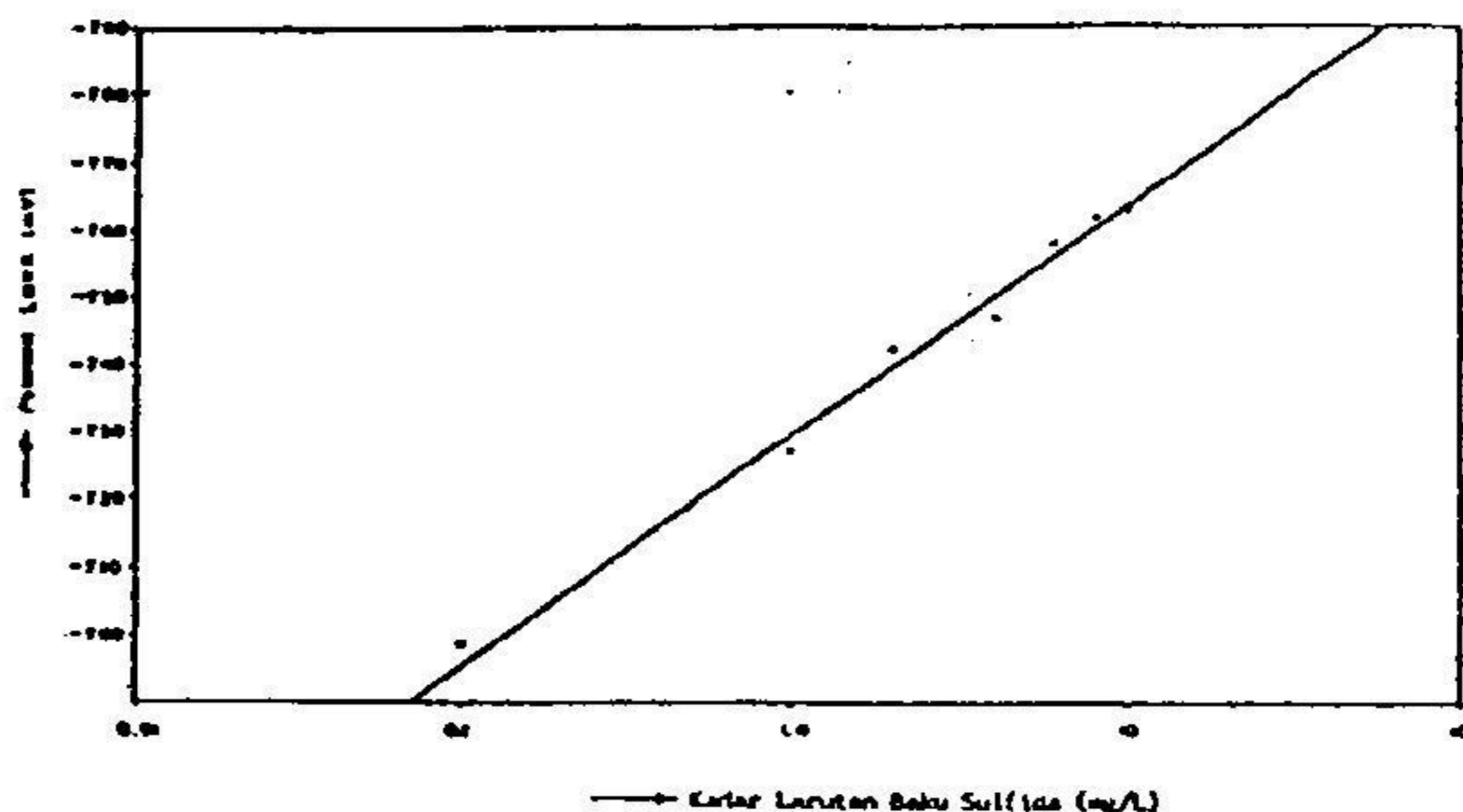
LAIN - LAIN

CONTOH FORMULIR KERJA

Parameter yang diperiksa : Sulfida
Nama pemeriksa : Dedi Sugiarto
Tanggal pemeriksaan : 19 April 1990
Nomor laboratorium : PPA/1990/35

Tabel Pembacaan Potensial-listrik Larutan Baku

kadar larutan baku sulfida ($S^=$) (mg/L)	Potensial-listrik (millivolt)		
	1	2	rata-rata
0,1	- 691,2	- 699,0	- 695,1
0,5	- 716,1	- 722,7	- 719,4
1,0	- 725,3	- 728,7	- 727,0
2,0	- 745,6	- 739,6	- 742,6
4,0	- 747,8	- 747,8	- 747,8
6,0	- 758,3	- 756,7	- 757,5
8,0	- 761,6	- 761,2	- 761,4
10,0	- 762,8	- 763,6	- 763,2

Kurva Kalibrasi :

Tabel Hasil Uji Kadar Sulfida

No. Contoh Uji	Lokasi Pengambilan Contoh Uji	Waktu Pengambilan Contoh				Potensial-listrik (millivolt)		Kadar (mg/L)		
		Jam	Tanggal	Bulan	Tahun	1	2	1	2	rata-rata
1.	S. Bekasi - Batelan	07.45	15	4	90	- 721,2	- 721,5	0,580	0,588	0,58
2.	S. Bekasi - Hilir	14.00	15	4	90	- [illegible]	- [illegible]	0,240	[illegible]	0,24
3.										
4.										
5.										

1 Larutan Baku Kalium Dikhromat, $K_2Cr_2O_7$, 0,025 N

Larutkan 1,226 g $K_2Cr_2O_7$ (yang sudah dikeringkan pada temperatur 103 °C selama 2 jam) dengan 100 mL air suling di dalam labu ukur 1000 mL, kemudian tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera.

2 Larutan Baku Natrium Tiosulfat, $Na_2S_2O_3$, 0,025 N

1) larutkan 6,205 g $Na_2S_2O_3.5H_2O$ dengan 100 mL air suling yang sudah dididihkan di dalam labu ukur 1000 mL, tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera, buat larutan ini pada saat akan digunakan, atau;

2) tetapkan kenormalan larutan $Na_2S_2O_3$ dengan tahapan sebagai berikut :

(1) pipet 20 mL larutan baku $K_2Cr_2O_7$ 0,025 N dan masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL;

(2) tambahkan air suling sampai volume menjadi 100 mL, kemudian tambahkan 2 g serbuk KI murni dan 2 mL H_2SO_4 4 N;

(3) titrasi dengan larutan baku $Na_2S_2O_3$, 0,025 N, sampai berwarna kuning;

(4) tambahkan 2-3 tetes larutan indikator kanji sampai timbul warna biru, kemudian lanjutkan titrasi sampai warna biru hilang;

(5) catat pemakaian natrium tiosulfat untuk perhitungan.

3 Larutan Baku Iod 0,025 N

1) larutkan 20-25 g KI dengan 100 mL air suling di dalam labu ukur 1000 mL, tambahkan 3,2 g iod dan air suling sampai tepat pada tanda tera;

2) tetapkan kenormalan larutan iod dengan tahapan sebagai berikut :

(1) ukur 80 mL air suling dan masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL, tambahkan masing-masing 1 mL larutan asam sulfat pekat dan 10 mL larutan iod;

(2) titrasi segera dengan larutan baku natrium tiosulfat 0,025 N sampai warna kuning;

(3) tambahkan 2-3 tetes larutan indikator kanji hingga warna larutan menjadi biru;

(4) lanjutkan titrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat sampai warna biru hilang;

(5) catat pemakaian larutan baku natrium tiosulfat untuk perhitungan.

4 Larutan Kanji, 5%

Larutkan 1 g kanji dengan 200 mL air suling, kemudian panaskan sampai mendidih.

5 Larutan Penyangga Anti Oksidasi Sulfida

Larutkan 80 g NaOH, 320 g natrium salisilat dan 72 g asam askorbat dengan 100 mL air suling di dalam labu ukur 1000 mL, tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera.

6 Larutan asam sulfat, H_2SO_4, 4 N

Ukur 60 mL air suling dan masukkan ke dalam gelas ukur 100 mL, tambahkan secara perlahan-lahan 10 mL H_2SO_4 pekat, kemudian tambahkan air suling sampai volume larutan menjadi 90 mL.